

## ⑫ 公開特許公報(A)

昭62-247004

⑤ Int. Cl.<sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和62年(1987)10月28日

B 22 F 1/02

E-7511-4K

3/00

B-7511-4K

H 01 F 41/02

D-8323-5E

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑭ 発明の名称 金属圧粉磁心の製造方法

⑮ 特 願 昭61-89528

⑯ 出 願 昭61(1986)4月18日

⑰ 発 明 者 目 黒 卓 安来市安来町2107番地の2 日立金属株式会社安来工場内  
 ⑰ 発 明 者 中 村 秀 樹 安来市安来町2107番地の2 日立金属株式会社安来工場内  
 ⑰ 発 明 者 佐 々 木 計 安来市安来町2107番地の2 日立金属株式会社安来工場内  
 ⑰ 出 願 人 日立金属株式会社 東京都千代田区丸の内2丁目1番2号

## 明 細 書

発明の名称

金属圧粉磁心の製造方法

特許請求の範囲

1 金属磁性粉末の表面を無機絶縁物質で被覆し、然る後、該粉末を加圧成形し、熱処理してなる金属圧粉磁心の製造方法において、粉末の表面を絶縁性酸化物を形成し得る金属を含有する有機金属カップリング剤にて被覆処理し、該処理粉末に結着剤としての合成樹脂を混合してから、加圧成形した後、熱処理を施すことによって絶縁性金属酸化物被膜を生成せしめることを特徴とする金属圧粉磁心の製造方法。

発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、金属磁性粉末を加圧成形し、さらにこれを熱処理してなる圧粉磁心の製造方法に関する。

(従来技術)

従来、Fe-Si-Al系合金やFe-Ni系合金など

高透磁率圧粉磁心の製造においては、粉末粒子間の絶縁抵抗を大ならしめるために、金属粉末に無機絶縁物質として水ガラスなどを被覆処理する方法が一般的になされている。通常これを圧粉成形後、熱処理した磁心の透磁率は、Fe-Si-Al系合金で80-100、Fe-Ni系合金で120前後であり、またこれらの透磁率が半減する周波数(以下限界周波数と呼称する)も数MHzから10MHz程度であった。

(発明が解決しようとする問題点)

しかしながら、近年電子機器の電源が従来のドロップ方式から高効率のスイッチング電源へ切り替わりつつあり、かつ駆動周波数が高くなる傾向にあることから、より高透磁率で周波数特性の優れた圧粉磁心が求められる趨勢にある。

透磁率をさらに引き上げるには熱処理温度を高めてやればよいが、しかしながら水ガラス質の耐熱性が不十分なために粒子間の絶縁抵抗を損ね、透磁率の周波数特性が劣下することになる。逆に、透磁率の周波数特性を維持すべく水ガラス量を増

加すると透磁率が低下する。したがって、水ガラス量と熱処理温度を調整することによって、透磁率と周波数特性の均衡をとるのが実情であった。

本発明は、以上の事情に鑑みてなされたもので、従来以上に粉末粒子間の高い絶縁抵抗、すなわち圧粉磁心の高周波特性を改善するとともに高い透磁率を有する高性能な金属圧粉磁心を提供することを目的とする。

#### 〔問題点を解決するための手段〕

本発明は、金属磁性粉末の粒子表面を絶縁性酸化物を形成し得る金属を含有する有機金属カップリング剤にて被覆処理した後、該処理粉末に結着剤としての合成樹脂を混合してから加圧成形を施した後、熱処理を施すことによって絶縁性金属酸化物被膜を生成させることを特徴とする金属圧粉磁心の製造方法である。

#### 〔作用〕

本発明者は、従来の水ガラス質被膜が耐熱性に乏しいために圧粉成形後の熱処理温度を高めて高透磁率化しようとしたら粒子間の絶縁抵抗が劣下

することから、耐熱性の高い絶縁性金属酸化物被膜を金属磁性粉末表面上に緻密に造膜することが必要と認めた。すなわち、水ガラス質の被膜は、 $\text{Na}_2\text{O} \cdot n\text{SiO}_2$ よりなり、 $\text{Na}_2\text{O}$ の存在により粉末粒子間を結着させているが、逆にこのために耐熱性が低く実質上600℃以上の熱処理を施すとFe-Si-Al系合金およびFe-Ni系合金とも絶縁抵抗が劣下し、限界周波数がMHzオーダーを下廻るため、450-550℃の熱処理によって、透磁率と周波数特性の均衡をとっているのが現状である。

本発明者らは、 $\text{Na}_2\text{O}$ を含まない耐熱性の高い $\text{SiO}_2$ 膜の造膜手法を種々検討した結果、絶縁性酸化物を形成し得る金属を含有する有機金属化合物で被覆処理し、これに結着剤としての合成樹脂を混合してから、加圧成形した後熱処理を施すことによって得られた絶縁性金属酸化物被膜が熱処理の温度を従来以上に上昇させて透磁率を高めても周波数特性が劣下しないことを見出し本発明をなすに至った。

この場合の有機金属カップリング剤には、加熱

によって先の $\text{SiO}_2$ の様に絶縁性の酸化物を形成し得る金属を含有するシラン系、チタン系、クロム系等のカップリング剤が含まれる。たとえばこれらの少なくとも一種のカップリング剤を金属粉末表面に被覆させた後、これらのカップリング剤分子中の有機官能基反応性のある樹脂を粉末の結着剤として混合する。これにより、金属粉末への樹脂の均一被覆がなされ、成形性が向上する。成形ままで絶縁性は高いが、このままでは透磁率は低いので、熱処理により成形ひずみを除去するが、この際成形体の加熱途上の200-300℃で官能基がとび、耐熱性に優れた絶縁酸化皮膜が形成され、絶縁抵抗を維持しつつ従来より高い温度での熱処理によってより透磁率が高められるのである。なお、カップリング剤は水ないしは適切な溶剤をもって希釈し金属粉末に添加されるが、その具体的な方法には、V型ブレンダー、ヘンシェルミキサー、スーパーミキサー等を利用して希釈液を添加する方法、あるいはスプレイ装置により噴添加する方法などが採用できる。

#### 〔実施例〕

以下、本発明の具体的内容を実施例に即してさらに説明する。

##### 実施例1

Ni 81%, Mo 2%, Fe残部を主成分とする平均粒度 $55\mu\text{m}$ の粉砕された合金粉末をひずみとり焼鈍した。ガンマアミノプロピルトリエトキシシランのPH11の水溶液で処理、乾燥した後、これにエポキシ樹脂1%を均一に混合した。ガンマアミノトリプロピルトリエトキシシランの添加量は、粉末の比表面積を測定することにより、シランの最小被膜面積から計算されたシラン単分子膜生成に必要な理論量の1.5倍の添加量とした。この粉末をリング状に15ton/cm<sup>2</sup>の圧力で圧粉成形の後、500、700、900℃で熱処理した。

このようにして得られた圧粉磁心の10KHzにおける透磁率 $\mu_{e10K}$ と、周波数特性の目安として、13MHzでの透磁率と10KHzでの透磁率の比 $\mu_{e13M}/\mu_{e10K}$ を表1に示す。

同時に比較例として同一粉末に従来方法の1%の

水ガラスを被覆処理して15ton/cm<sup>2</sup>の圧力にて圧粉成形した結果を合わせて示す。

表 1

	熱処理温度(℃)	$\mu_{e10K}$	$\mu_{e13M}/\mu_{e10K}$
本 発 明	500	136	0.91
	700	160	0.77
	900	221	0.49
比 較 例	500	121	0.60
	700	125	0.11
	900	200	0.01

これによれば、本発明の圧粉磁心は特に500℃を越える高温の熱処理によって $\mu_{e10K}$ を高め得るとともに $\mu_{e13M}/\mu_{e10K}$ の劣下がなく、従来の金属圧粉磁心にない高い透磁率と周波数特性を有していることがわかる。

## 実施例 2

実施例 1 と同一の Fe-Ni 合金粉末に種々の有機金属カップリング剤のアルコール溶液を添加処理し、乾燥の後、各々のカップリング剤の官能基と反応性のある合成樹脂1%を均一混合した。この粉末を15ton/cm<sup>2</sup>で成形し900℃で熱処理した。有機金属化合物の添加量は、単分子膜生成に必要な理論量の2倍とした。結果を表3に示すが、いずれも高い透磁率と安定した周波数特性を示している。

実施例としては Fe-Ni、Fe-Si-Al 合金をあげたが、これ以外に純鉄、Si 0.5-8%を含有する Fe-Si 合金等にも当然本発明が適用できる。

Si 9.5%、Al 5.5%、Fe 残部を主成分とする平均粒度 80  $\mu\text{m}$  の粉砕された合金粉末をひずみとり焼鈍した。この粉末を実施例 1 と全く同時に表面処理した後、エポキシ樹脂を0.5%添加、均一に混合分散させてから、成形圧20ton/cm<sup>2</sup>にて成形、熱処理した。比較例として同一粉末に従来方法の1%の水ガラスを被覆処理したもので $\mu_{e10K}$ と $\mu_{e13M}/\mu_{e10K}$ を比較した。結果を表2に示す。

表 2

	熱処理温度(℃)	$\mu_{e10K}$	$\mu_{e13M}/\mu_{e10K}$
本 発 明	500	84	1.00
	700	103	1.00
	900	112	0.99
比 較 例	500	75	0.99
	700	99	0.76
	900	96	0.80

これによれば、本発明の Fe-Si-Al 系合金圧粉磁心は、従来圧粉磁心に比べ $\mu_{e10K}$ が高く、特に13M/ $\mu_{e10K}$ が非常に安定しており周波数特性が従来になく優れていることがわかる。

## 実施例 3

表 3

有機金属カップリング剤	合成樹脂	被 膜	$\mu_{e10k}$	$\mu_{e13M}/\mu_{e10k}$
ガンマアミノプロピルトリエトキシシラン	フェノール	SiO <sub>2</sub>	160	0.81
ガンマグリシドキシプロピルトリエトキシシラン	エポキシ	SiO <sub>2</sub>	149	0.85
ビニルトリエトキシシラン	ポリエステル	SiO <sub>2</sub>	147	0.85
テトラステアリルチタネート	エポキシ	TiO <sub>2</sub>	152	0.77
Du. Pant社製 Volan	エポキシ	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	141	0.55

## 〔発明の効果〕

以上から明らかなように本発明の金属圧粉磁心の製造法によれば、従来になく高い透磁率と周波数特性に優れた高性能圧粉磁心を得ることができ、その工業的価値が大である。

出願人 日立金属株式会社

